

Japanese Patent Laid-Open S50-75208

Laid-Open : June 20, 1975

Application No. : S48-124357

Filed : November 7, 1973

**Title : Method for metalizing aluminum nitride
sintered body**

Inventor : MASUDA, Isao.

Applicant : NGK Spark Plug Co., Ltd.

**A method for metalizing an aluminum nitride sintered body
characterized in that the metalizing is carried out while a surface
of aluminum nitride is oxidized.**

BEST AVAILABLE COPY

⑩ 日本国特許庁

公開特許公報

特許願 (特許法第38条ただし書)
(の規定による特許出願)

昭和 売 年 11 月 7 日

特許庁長官 実業英進 殿

1. 発明の名称

アルミニウム焼結体のメタライズ法

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数

3. 発明者

愛知県小牧市大字三ツ園488番地
一
境
田
中
義
彦

(はか名)

4. 特許出願人

愛知県名古屋市瑞穂区高辻町4番1号
(484) 日本特殊陶業株式会社
代表者 木野智彦

5. 代理人

東京都千代田区霞が関3丁目2番4号
郵便番号 100
霞山ビルディング7階 電話 (581) 2241番(代表)
(5825) 氏名 弁理士 杉村曉秀
(はか名) 高柳



⑪ 特開昭 50-75208

⑫ 公開日 昭50.(1975) 6.20

⑬ 特願昭 48-124357

⑭ 出願日 昭48.(1973) 11. 7

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号

2121-41

⑮ 日本分類

20B/D13

⑯ Int.Cl²

C04B 41/14

男 純 客

1. 発明の名称 硝化アルミニウム焼結体のメタライズ法

2. 特許請求の範囲

1. 硝化アルミニウム焼結体の表面をメタライズするに当り、硝化アルミニウム表面を酸化させながら行うことを特徴とする硝化アルミニウム焼結体のメタライズ法。

2. メタライズベースト中に酸化物を媒導の供給源として配合する特許請求の範囲/記載の硝化アルミニウム焼結体のメタライズ法。

3. 極端な中性もしくは還元雰囲気中で硝化アルミニウムの表面を酸化させる特許請求の範囲/記載の硝化アルミニウム焼結体のメタライズ法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、絶縁用基体部品などの使用に供される硝化アルミニウム焼結体のメタライズ法に関するものである。

従来、絶縁用基体部品たとえば半導体用基板、

IC基板、各種絶縁部品などには、一般的にアルミニナ被膜が用いられている。

しかるに、各種工業技術の発展に伴つてこの種絶縁基体部品材料に要求される性能はますます過酷になり、上述した酸化物系のもののみならず窒化物系が注目され始めた。

窒化物系のうち、とくに窒化アルミニウム(A₃N)については、その熱伝導率がアルミナ(A₂O₃)の約2~4倍であること、熱膨脹率がアルミナ(A₂O₃)の約半分と小さいこと、強度がアルミナ、ペリリヤと大差ないことなどの特性を有することから、絶縁用基体部品材料としても有用である。

ところが、上記窒化アルミニウム焼結体の表面には、従来主としてアルミニナ被膜について適用されたいわゆるセリブデンーマンガン法(X₀-X_n法)によるメタライズは行われ得ない。

本発明は、窒化アルミニウム焼結体の表面に緻密なメタライズ層を形成することについての開発成果に基いて新規に提案するものである。

BEST AVAILABLE COPY

特開昭50-75208(2)

本発明は、酸化アルミニウム焼結体の表面をメタライズするに当り、酸化アルミニウム表面を酸化させながら行う酸化アルミニウム焼結体のメタライズ法に関する。

すなわち本発明は、酸化アルミニウム焼結体表面をメタライズ工程中にかけて酸化させながら、その表面領域において酸化アルミニウムを分布生成し、この酸化アルミニウムとメタライズペースト中のマンガンもしくはチタニウム粉末によるスピネル構造または、酸化アルミニウムとメタライズペーストにとくに加えた酸化物成分との相互拡散運動による反応層により、セリップデンまたはタンクステンの金属層を表面に形成させるものである。

酸化アルミニウム焼結体の表面酸化は、メタライズペースト成分として酸化物とくに SiO_2 , Ta_2O_5 , La_2O_3 , Al_2O_3 , および Zr_2O_5 から選ばれる一種以上の粉末を、セリップデンもしくはタンクステンの第1成分粉末、またはさらにマンガンもしくはチタニウムの第2成分粉末とともに配合するか、

あるいは A+B の二成分系とする。

三成分系のときは B+D 成分を、二成分系のときは D 成分をそれぞれ金粉末成分中に A への量を含むメタライズペースト組成とするのがよく、上記 A, B, C 各成分をおののかの所定量ずつ秤量し、ボールミルを用いて混合分散する。さらにエチルセルロース、エトロセルロースの如きペイントーを添加して次工程の塗り付け方法に応じた粘度にメタライズペーストを調整する。

一方、酸化アルミニウム焼結体は、その表面に付着している油類その他の汚れを取り除くため、脱脂処理および湯洗を行なつてメタライズ焼成に備える。

上述した準備を経て酸化アルミニウム焼結体の表面にメタライズペーストを塗り付け、乾燥したのち、非酸化性雰囲気中にて所定の温度で、メタライズ焼成をおこなう。

メタライズ焼成過程における反応機構は、メタライズペーストが A+B+D の三成分系の場合には、D 成分が酸化アルミニウム焼結体の表面をわ

あるいは、焼成雰囲気としての水素中に水蒸気を含有させるかの何れかがとくに有利に適用できる。

次に本発明の第一実施例を、酸素の供給源としてメタライズペースト中に酸化物を配合した場合について説明する。

本実施例において使用するメタライズペーストの組成を第1表に示す。

第1表

A成分	Mn , Ti
B成分	Ta_2O_5
C成分	SiO_2 , Ta_2O_5 , La_2O_3 , Al_2O_3 , Zr_2O_5

本実施例では、上表に示す C 成分すなわち酸化物をメタライズペースト中に混合する。これら各酸化物は、何れも酸化アルミニウム (A) と非常に反応・拡散しやすい成分である点において同効物であり、これらの何れか一種または二種以上を任意に用いることができる。

上表に示す各成分をもとに、メタライズペーストの組成を必要に応じて A+B+C の三成分系あ

るいは A+D の二成分系とする。

三成分系のときは B+D 成分を、二成分系のときは D 成分をそれぞれ金粉末成分中に A への量を含むメタライズペースト組成とするのがよく、上記 A, B, C 各成分をおののかの所定量ずつ秤量し、ボールミルを用いて混合分散する。さらにエチルセルロース、エトロセルロースの如きペイントーを添加して次工程の塗り付け方法に応じた粘度にメタライズペーストを調整する。

また、メタライズペーストが A+D の二成分系の場合には、添加した D 成分によつて酸化アルミニウム焼結体の表面をわずかではあるが酸化してアルミナ (Al_2O_3) 層を形成し、このアルミナと D 成分とが相互に拡散運動しあつて反応層を生じ、表面にはセリップデンまたはタンクステンの金属層が形成される。

上述したメタライズ焼成後は、従来のアルミナペリリヤ焼結体などの場合と同様に慣用されている H_2 メッキ → H_2 シンナー → ろう付け → A 素材などの工程を経て、たとえば I/O 基板の如き绝缘用基板部品に仕上げる。

上記実施例のうち、三成分系のメタライズペーストを使用した場合の実験結果について説明する。

実験に供した三種類のメタライズペースト組成物の成分を第3表に示す。

第3表

	①	②	③
X ₀	50	90	55
X _B	10	3	10
B ₁ O ₂	10	3	—3
接着強度 (kg)	2.8	3.0	3.8

第3表に示すメタライズ組成物と、ペインダーであるエチルセルローズその他アセトン、ブチルカーピドルなどを第3表に示す割合にガールミル内で混合した後、アセトンを揮発させてメタライズペーストを得る。

第3表

組成	重量%
メタライズペースト組成物	100
エチルセルローズ	3
アセトン	62
ブチルカーピドル	30

イズペーストを調製し、これをあらかじめ脱脂処理、湯洗などをかこなつて表面を清浄にした電化アルミニウム焼結体に盛り付けた後乾燥し、所定濃度の混つた水素露圧気中でメタライズ焼成をかこなう。ここで露圧気中の湿分によつて電化アルミニウム焼結体の表面に酸化物であるアルミナが形成され、このアルミナがB成分中のマンガンと結合してMnO·Al₂O₃なるスピネル型構造をもつスラグとなり、表面にはセリブデン金属層が形成される。

上述した第二実施例について実験した結果を第3図に示す。第3図は、メタライズ焼成をかこなつた水素露圧気中の露点と接着強度との関係を示したグラフであり、メタライズ焼成は1300°Cで約1分間保持した。

メタライズ焼成完了後の電化アルミニウム焼結体と金属層との接着強度の測定は、第一実施例の場合と同様にかこなつた。

第3図から、水素露圧気中の露点が+3°C以上でやはり实用に耐える良好な接着強度の得られ。

特開昭50-75208(3)
上記のメタライズペーストを電化アルミニウム焼結体の表面に、スクリーン印刷法を用いて印刷した後、非酸化性露圧気にて1200~1400°Cで焼成してその表面にセリブデン金属化層を形成せた。

ここに形成されたセリブデン金属層と電化アルミニウム焼結体との接着強度を調べた。

接着強度の測定は、第1図aに示すように、メタライズされた電化アルミニウム焼結体1にコバルト(Kovar)2をろう付け(ろう付け面積は1×3mm²)し、第1図bに示すようにコバルト2の自由端をろう付け面に対して直角に引張り、ピーリング強度とその剝離面の状態で接着性の良否を判定した。この結果を前記第3表(接着強度の欄)に示す。この数値は実際の使用に充分耐えうるものである。

つづに、本発明の第二実施例を、焼成露圧気として混つた水素を使用した場合について説明する。

すなわち、第一実施例の第1表に示すA成分、B成分およびその他ペインダー等からなるメタライ

ることがわかる。

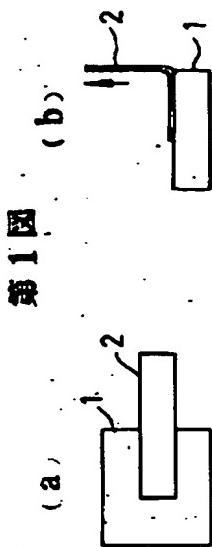
上述したように本発明によれば、電化アルミニウム焼結体の表面にメタライズを行うことをはじめ可能ならしめ、实用に耐える強い接着力をもつたメタライズ層を形成させることができる。

各図面の簡単な説明

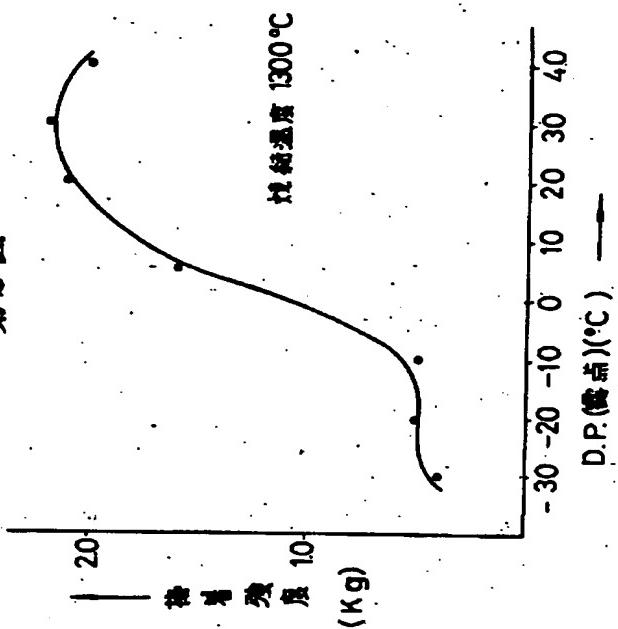
第1図は電化アルミニウム焼結体と金属化層との接着強度を測定する方法を示す説明図であつて、aはその平面図、bはその側面図、第3図は本発明の第二実施例における水素露圧気中の露点と接着強度との関係を示すグラフである。

a…電化アルミニウム焼結体、b…コバルト。

BEST AVAILABLE COPY
特許 昭50-752054



第2図



6. 添附書類の目録

- (1) 明細書 1 頁
- (2) 図面 1 頁
- (3) 請求項 本 1 頁
- (4) 特許状 1 頁

7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

1. 発明者

2. 代理人

居 所 東京都千代田区霞が関3丁目2番4号
郵便番号 100
電山ビルディング7階 電話 (581) 2341番 (代表)

(7205) 氏 名 千葉士杉 村 勇